

PCT/NL

00/00479

04.08.00

KONINKRIJK DER



NEDERLANDEN

Bureau voor de Industriële Eigendom



**PRIORITY  
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

REC'D 16 AUG 2000

WIPO

PCT

*[Handwritten signature]*  
4

Hierbij wordt verklaard, dat in Nederland op 13 juli 1999 onder nummer 1012587,

ten name van:

**NEDERLANDSE ORGANISATIE VOOR TOEGEPAST-**

**NATUURWETENSCHAPPELIJK ONDERZOEK TNO**

te Delft

een aanvraag om octrooi werd ingediend voor:

"Kleurpigment ",

en dat de hieraan gehechte stukken overeenstemmen met de oorspronkelijk ingediende stukken.

Rijswijk, 4 augustus 2000

De Directeur van het Bureau voor de Industriële Eigendom,  
voor deze,

*[Handwritten signature: I.W. Scheevelenbos-de Reus]*

Mw. I.W. Scheevelenbos-de Reus.

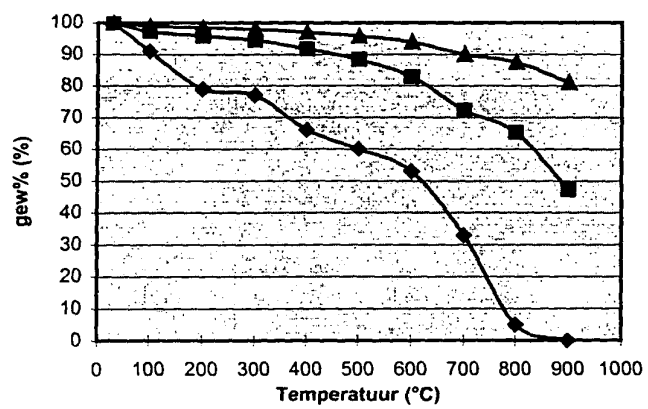
1012307

B. V. G. 1111

13 JULI 1990

# UITTREKSEL

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het bereiden van een kleurpigment, waarbij een anionische of kationische klei, welke klei in hoofdzaak geen agglomeraten van kleiplaatjes bevat, wordt onderworpen aan een ionenuitwisseling met een organische kleurstof. De uitvinding betreft voorts het gebruik van de verkregen kleurpigment voor het kleuren van substraten.



P49590NL00

Titel: Kleurpigment

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het bereiden van een kleurpigment. De uitvinding betreft voorts het kleurpigment en de toepassing ervan om substraten te kleuren.

5 In het kader van de uitvinding wordt onder een kleurpigment een stof verstaan die een bepaalde, gewenste kleur kan geven aan een substraat van een ander materiaal. Behalve kleur geeft een kleurpigment dekking en verbetert het de duurzaamheid van het substraat, doordat een deel van  
10 het opvallende licht wordt geabsorbeerd en/of gereflecteerd. Volgens de uitvinding wordt een kleurpigment derhalve onderscheiden van een kleurstof. Een kleurstof is weliswaar in staat kleuring te geven aan een substraat, maar heeft niet de andere genoemde eigenschappen die een  
15 kleurpigment wel heeft.

Polymere materialen worden doorgaans gekleurd met anorganische pigmenten. Deze verschaffen een goede kleurstabiliteit tegen licht, zuurstof en hitte. Wat betreft kleur en kleurintensiteit kennen deze pigmenten  
20 echter hun beperkingen. Daarnaast zijn anorganische pigmenten minder gewenst vanuit milieutechnische redenen. Veel anorganische pigmenten bevatten bijvoorbeeld zware metalen.

Organische pigmenten bieden niet alleen een breder  
25 scala aan kleurmogelijkheden met hogere intensiteiten, maar worden ook sneller en beter afgebroken in het milieu, bijvoorbeeld onder invloed van zuurstof. Een groot nadeel van organische kleurstoffen is echter dat ze een relatief lage temperatuur- en UV-stabiliteit hebben. Bovendien  
30 vertonen deze stoffen de neiging tot uitlogen wanneer substraten die ermee gekleurd zijn, worden gebruikt.

In de literatuur zijn reeds pogingen beschreven om de voordelen van de bekende anorganische en organische

pigmenten te combineren. Uit het Amerikaanse octrooischrift 3.950.180 is een composietmateriaal bekend dat is gebaseerd op een organische, basische kleurstof en een mineraal, te weten een zeoliet of montmorilloniet. Gebleken is echter  
5 dat de kleurstof niet erg homogeen verdeeld is over het mineraal. Ook laat een substraat zich niet voldoende homogeen kleuren met een dergelijk composietmateriaal.

De internationale octrooiaanvraag 92/00355 beschrijft een kleurpigment gebaseerd op een gelaagd dubbel  
10 hydroxide en een in water oplosbare, anionische kleurstof. Volgens een eerste mogelijkheid wordt dit kleurpigment bereid door het gelaagde dubbele hydroxide te calcineren, waardoor carbonaationen tussen de kleiplaatjes worden verdreven, en vervolgens te onderwerpen aan  
15 ionenuitwisseling met de kleurstof. Volgens een tweede mogelijkheid wordt het gelaagde dubbele hydroxide in situ gevormd in aanwezigheid van de kleurstof. In het kleurpigment die volgens één van beide mogelijkheden wordt verkregen is de kleurstof evenmin homogeen verdeeld over de  
20 klei (het gelaagde dubbele hydroxide). Ook met dit kleurpigment laat een substraat zich niet voldoende homogeen kleuren.

Het is een doel van de uitvinding om een kleurpigment te verschaffen, die de voordelen van de  
25 bekende organische pigmenten te combineert met die van de bekende anorganische kleurpigmenten, en waarmee polymere materialen op efficiënte, homogene wijze kunnen worden gekleurd. Beoogd wordt een klasse van kleurpigmenten waarmee een groot aantal uiteenlopende kleuren van hoge  
30 intensiteit aan een polymeer substraat kan worden gegeven, welke kleurpigmenten goed en snel afbreekbaar zijn in het milieu. Voorts dient het kleurpigment stabiel te zijn onder invloed van licht, zuurstof en warmte.

Verrassenderwijs is thans gevonden dat de gestelde  
35 doelen kunnen worden bereikt door een kleurpigment te bereiden van een organische kleurstof en een klei. De

uitvinding betreft derhalve een werkwijze voor het bereiden van een kleurpigment, waarbij een anionische of kationische klei, welke klei in hoofdzaak geen agglomeraten van kleiplaatjes bevat, wordt onderworpen aan een  
5 ionenuitwisseling met een organische kleurstof.

Gevonden is dat de onderhavige werkwijze leidt tot een kleurpigment met een zeer hoge intensiteit. Met andere woorden, om eenzelfde kleurintensiteit te krijgen als met een kleurpigment uit de stand der techniek, kan worden  
10 volstaan met een veel geringere hoeveelheid kleurpigment. Voorts kan elke kleurschakering worden bereikt die ook met bekende organische pigmenten kan worden gecreëerd. Een ander groot voordeel van de uitvinding is dat het kleurpigment zich zeer goed laat opnemen in substraten. Er  
15 wordt een zeer homogeen kleureffect verkregen, waarbij in hoofdzaak geen individuele kleurpigmentdeeltjes waarneembaar zijn. Het uitlogen van het kleurpigment komt niet, of althans in veel geringere mate dan bij de bekende organische pigmenten, voor. Verder is de onderhavige  
20 kleurpigment zeer stabiel, in vergelijking met organische kleurstoffen, onder invloeden van licht, zuurstof en hitte en levert niet of nauwelijks een risico op voor het milieu.

De klei die gebruikt wordt in de onderhavige werkwijze is een anionische of een kationische klei. In  
25 beginsel kan elke anionische of kationische, op synthetische wijze of uit natuurlijke bron verkregen, klei worden gebruikt. Geschikte voorbeelden kunnen worden gekozen uit de klassen van smectieten, hydrotalcieten en gelaagde dubbele hydroxide. Bijzondere voorkeur gaat uit  
30 naar kationische kleien, zoals natrium- of waterstofmontmorilloniet, en hydrotalcieten.

Zoals hierboven al is aangegeven is het een belangrijk aspect van de uitvinding dat de klei in hoofdzaak geen agglomeraten van kleiplaatjes bevat. Alle  
35 kleitypen bestaan uit een plaatjesstructuur. Onder normale omstandigheden vormen deze plaatjes agglomeraten, waarbij

de kleiplaatjes zich op elkaar stapelen. Volgens de uitvinding dienen deze agglomeraten in hoofdzaak verbroken te worden, zodat de onderlinge afstand tussen de kleiplaatjes ten minste 50 Å, bij voorkeur ten minste 75 Å, en nog liever ten minste 100 Å bedraagt. Deze afstand kan  
 5 geschikt worden bepaald met behulp van röntgendiffractie-technieken.

Een voorbeeld van een geschikte wijze om de agglomeraten in de klei te verbreken, i.e. te  
 10 deagglomereren, is een werkwijze waarbij de klei wordt gedispergeerd in, bij voorkeur, water dat in hoofdzaak vrij is van ionen. Dit water heeft bij voorkeur een temperatuur van 20-60°C. Bij voorkeur bedraagt de hoeveelheid klei niet meer dan 10 gew.%, betrokken op de dispersie, zodat de  
 15 viscositeit laag blijft. Dit heeft een positief effect op de verwerkbaarheid van de dispersie. Vervolgens laat men de klei zwellen gedurende een periode tussen een half uur en enkele uren. Andere methoden om de agglomeraten in de klei te verbreken zijn aan de vakman bekend.

20 De aldus verkregen klei wordt onderworpen aan een ionenuitwisseling met een organische kleurstof die de gewenste kleur levert. De organische kleurstof is bij voorkeur een ionische kleurstof, zodat de ionenuitwisseling op eenvoudige wijze kan worden uitgevoerd. Voorbeelden van  
 25 geschikte kleurstoffen worden vermeld in Ullmanns Encyklopädie der technische Chemie, band 11, Verlag Chemie, Weinheim, 1976 onder "Farbstoffen" en omvatten acridinekleurstoffen, anthrachinonkleurstoffen, azine- (incl. Oxazine- en Thiazine-) kleurstoffen,  
 30 azokleurstoffen, chinophtalonekleurstoffen, natuurlijke kleurstoffen, formazankleurstoffen, indigo- en indigoïdekleurstoffen, indicatorkleurstoffen, kationische kleurstoffen, leukokuipenkleurstoffen, methine- (incl. Azomethine-) kleurstoffen, microscopeerkleurstoffen,  
 35 naphtho- en benzochinonkleurstoffen, nitro- en nitrosokleurstoffen, phtalocyaninekleurstoffen, reactieve

kleurstoffen, en tri- en diarylmethaankleurstoffen.

Geschikte organische kleurstoffen zijn kleurtechnisch onderverdeeld in de volgende groepen (zie Ullman Band 11):

directe kleurstoffen, ontwikkelingskleurstoffen,

- 5 oxidatiekleurstoffen, kationische (basische) kleurstoffen, kuipenkleurstoffen, leukokuipenkleurstoffen, reactieve kleurstoffen, en zure kleurstoffen.

De voorkeur gaat uit naar kationische en anionische kleurstoffen en kleurstoffen die door protonering of  
 10 deprotonering in kationisch of anionische vorm kunnen worden gebracht. Dit zijn bijvoorbeeld kleurstoffen met  $N^+$ ,  $P^+$ ,  $S^+$  functionaliteiten en/of afgeleiden hiervan. Daarnaast gaat de voorkeur uit naar kleurstoffen met anionische functionaliteiten zoals  $RCO_2^-$ ,  $RP(O)O_2^{2-}$  en  $RSO_3^-$ ,  
 15 waarbij R is gedefinieerd als een alkyl-, aryl- of alkylarylgroep. Tevens hebben kleurstoffen met een ladingszwaartepunt de voorkeur.

De ionenuitwisseling kan plaatsvinden door aan een dispersie van de klei in warm water, bij voorkeur de  
 20 dispersie die hierboven is omschreven, een oplossing van de kleurstof toe te voegen. De kleurstof is bij voorkeur opgelost in water in een concentratie tussen 1% en 50%. De hoeveelheid kleurstof die wordt gebruikt bij de ionenuitwisseling wordt gekozen afhankelijk van de  
 25 ionenuitwisselcapaciteit (CEC) van de klei en molmassa en aantal reactieve groepen van de kleurstof. De kleurschakering van het te bereiden kleurpigment kan door middel van de hoeveelheid kleurstof worden ingesteld. De pH van de kleurstofoplossing ligt bij voorkeur tussen 2 en 10,  
 30 afhankelijk van de gekozen kleisoort en de kleurstof, en kan worden ingesteld met geschikte buffers.

Een voordeel van de uitvinding is dat de belading van de klei met de kleurstof zeer hoog kan zijn. De hoeveelheid kleurstof per hoeveelheid klei die bereikt kan  
 35 worden is significant hoger dan die welke bereikt kunnen worden met de werkwijzen voor het bereiden van een



kleurpigment op basis van klei en een organische kleurstof uit de stand der techniek. De hoeveelheid klei ten opzichte van de hoeveelheid kleurstof is bij voorkeur zo gekozen dat het kleurpigment van 2 tot 90 gew.%, bij bijzondere  
5 voorkeur van 5 tot 45 gew.%, aan pigment bevat.

Onder bepaalde omstandigheden is het echter wenselijk om niet de maximale belading van de klei met kleurstof te realiseren. De resterende beladingscapaciteit kan dan benut worden om additieven in het kleurpigment op  
10 te nemen. Voorbeelden van additieven die bij voorkeur gebruikt kunnen worden zijn oppervlakte-actieve stoffen. Deze kunnen de verenigbaarheid tussen het kleurpigment en een substraat dat ermee gekleurd dient te worden vergroten. Voorbeelden van geschikte oppervlakte-actieve stoffen in  
15 dit verband zijn quaternaire ammoniumverbindingen, zoals octadecylammoniumbromide, (ar)alkylsulfonzuren en -sulfaten, zoals dodecylsulfaat, alkylcarbonzuren en blokcopolymeren opgebouwd uit hydrofiele en hydrofobe blokken. De aard van de gewenste oppervlakte-actieve stof  
20 kan geschikt worden afgestemd op het substraat dat men wenst te kleuren. De hoeveelheid oppervlakte-actieve stof zal afhangen van het type pigment en het te kleuren substraat. Doorgaans zal deze hoeveelheid liggen tussen 0 en 90, bij voorkeur tussen 0 en 30 mol%, gebaseerd op de  
25 hoeveelheid pigment.

Na de ionenuitwisseling, wordt het kleurpigment bij voorkeur enkele malen gewassen met water en gefiltreerd. Desgewenst kan het materiaal worden gedroogd, bijvoorbeeld in een oven of door sproei- of vriesdrogen, waarna het  
30 gemalen kan worden tot een poeder om de verwerkbaarheid te verbeteren.

De uitvinding heeft tevens betrekking op het gebruik van het kleurpigment die verkregen kan worden op de hierboven beschreven wijze voor het kleuren van substraten.  
35 Gevonden is dat het kleurpigment met name geschikt is voor het kleuren van substraten van polymeer materiaal. Het is

zowel mogelijk om bulkmateriaal te kleuren als om een  
bekledingslaag of coating van een polymeer materiaal te \_  
kleuren. Polymeren waarvan is gebleken dat ze zich  
bijzonder goed laten kleuren zijn polyurethanen,  
5 poly(meth)acrylaten, polyolefines, zoals polyethyleen of  
polypropyleen, polyesteren en polystyreen.

Wanneer het onderhavige kleurpigment in een  
bulk-materiaal dient te worden opgenomen, kan het worden  
toegevoegd aan een smelt van het materiaal en/of met behulp  
10 van afschuifkrachten, bijvoorbeeld door extrusie, homogeen  
worden verdeeld in het bulk-materiaal. Wanneer het  
kleurpigment in een bekledingslaag of coating verwerkt  
dient te worden, kan het geschikt worden toegevoegd aan het  
vloeibare materiaal dat wordt gebruikt voor het vormen van  
15 de bekledingslaag of coating. Dit vloeibare materiaal kan  
dan, na goed roeren, op gebruikelijke wijze worden  
aangebracht op een substraat en uitgehard tot een  
bekledingslaag. Het substraat in dit verband kan van  
allerlei aard zijn, zoals polymeer materiaal, keramiek,  
20 glas, metaal, hout, textiel (kleding) en dergelijke.

Een kleurpigment volgens de uitvinding kan zeer  
homogeen worden verdeeld over een substraat, zodat  
hoegenaamd geen kleurpigmentdeeltjes waarneembaar zijn. Het  
onderhavige kleurpigment verenigt derhalve de eigenschappen  
25 van een pigment met die van een kleurstof. Het kleurpigment  
bestaat namelijk uit deeltjes die kleiner zijn dan de  
golflengte van het licht. Om die reden kan het kleurpigment  
ook wel aangeduid worden met de term 'nanopigment'.

De kleur die gegeven kan worden aan een substraat is  
30 buitengewoon intens en loopt in hoofdzaak niet uit of door.  
Tevens is gebleken dat het kleurpigment een verstevigend  
effect heeft op een substraat. Het gekleurde substraat is  
aanzienlijk stabiel onder invloed van licht, hitte of  
zuurstof en heeft verbeterde mechanische eigenschappen,  
35 zoals een grotere treksterkte en slagvastheid.

De uitvinding zal thans nader worden toegelicht aan de hand van de volgende voorbeelden.

#### Voorbeeld 1

5           Tien gram van een montmorilloniet klei EXM 757 met een kationenuitwisselingscapaciteit van 95 meq./100 g werd gedispergeerd in 1 liter gedeïoniseerd water van 50°C. Men liet de klei opzwellen gedurende een periode van 2 uur, totdat volledige exfoliatie opgetreden was. Met  
10 röntgendiffractie werd vastgesteld dat de afstand tussen de kleiplaatjes 12,1 Å bedroeg.

De aldus verkregen klei werd onderworpen aan een ionenuitwisseling met Methylene Blue (MB). Voor een volledige uitwisseling werd 3,0 gram MB gebruikt. Dit  
15 leverde een blauw kleurpigment op, dat werd gewassen, gefiltreerd en gevriesdroogd. Met röntgendiffractie werd vastgesteld dat de afstand tussen de kleiplaatjes 15,6 Å bedroeg.

Van dit kleurpigment werd een Thermisch.  
20 Gravimetrische Analyse (TGA) gemaakt met behulp van een daartoe te gebruiken apparaat verkrijgbaar bij Perkin Elmer om de thermische stabiliteit van het kleurpigment te kunnen vergelijken met die van MB op zich. De resultaten hiervan zijn weergegeven in Figuur 1. In Figuur 1 toont de lijn met  
25 het symbool  $\diamond$  de gegevens verkregen voor puur methylene blue, het symbool  $\square$  de gecorrigeerde gegevens verkregen voor methylene blue in klei, en  $\triangle$  de feitelijke gegevens verkregen voor methylene blue in klei.

De verkregen, feitelijke data werden gecorrigeerd  
30 voor de hoeveelheid klei in het monster. Aangezien de gebruikte klei ongeveer 24% MB bevat, is teruggerekend naar een hoeveelheid puur MB. Te zien valt dat de thermische stabiliteit van het volgens dit voorbeeld verkregen kleurpigment ten minste 100 K hoger is dan die van puur MB.

Voorbeeld 2

Het kleurpigment verkregen in voorbeeld 1 werd gebruikt in verschillende coatings (verf):

- een op water gebaseerde polyether polyurethaancoating voor beton;
- een op water gebaseerde polycarbonaat polyurethaancoating voor metaal;
- een op water gebaseerde polyacrylaatcoating voor metaal; en
- een op isopropanol gebaseerde hybride silicaatcoating voor krasbescherming van staal.

In elke coating werd het kleurpigment opgenomen in drie concentraties: 1, 2 en 5 gew.%. Dit werd gedaan door het kleurpigment in de verf te dispergeren met behulp van ultrasoonactivering. Na enkele uren werd een substraat geverfd met de coatings en deze werden uitgehard. De kleurintensiteit en homogeniteit van de coatings was zeer hoog. Met behulp van lichtmicroscopie vielen er geen inhomogeniteiten in de coatings waar te nemen.

Voorbeeld 3

Tien gram van een montmorilloniet klei EXM 757 met een kationenuitwisselingscapaciteit van 95 meq./100 g werd gedispergeerd in 1 liter gedeïoniseerd water van 50°C. Men liet de klei opzwellen gedurende een periode van 2 uur, totdat volledige exfoliatie opgetreden was. Met röntgendiffractie werd vastgesteld dat de afstand tussen de kleiplaatjes 12,1 Å bedroeg.

De aldus verkregen klei werd onderworpen aan een ionenuitwisseling met Methylene Red (MR). Voor een volledige uitwisseling werd 2,6 gram MR gebruikt. Dit leverde een rood kleurpigment op, dat werd gewassen, gefiltreerd en gevriesdroogd. Met röntgendiffractie werd vastgesteld dat de afstand tussen de kleiplaatjes 23,9 Å bedroeg.

Voorbeeld 4

Het kleurpigment verkregen in voorbeeld 1 werd gebruikt in verschillende coatings (verf):

- een op water gebaseerde alifatische polyurethaancoating voor beton;
- een op water gebaseerde polycarbonaat polyurethaancoating voor metaal;
- een op water gebaseerde polyacrylaatcoating voor metaal; en
- een op water gebaseerde aromatische polyestercoating.

In elke coating werd het kleurpigment opgenomen in drie concentraties: 1, 2 en 5 gew.%. Dit werd gedaan door het kleurpigment in de verf te dispergeren met behulp van ultrasoonactivering. Na enkele uren werd een substraat geverfd met de coatings en deze werden uitgehard. De kleurintensiteit en homogeniteit van de coatings was zeer hoog. Met behulp van lichtmicroscopie vielen er geen inhomogeniteiten in de coatings waar te nemen.

Van het kleurpigment op zich en van de aromatische polyestercoating met 2 gew.% kleurpigment werden röntgendiffractiespectra opgenomen. Het kleurpigment toonde pieken bij  $3,69^\circ$ ,  $2\theta$ ;  $7,36^\circ$ ,  $2\theta$ . Het spectrum van de coating toonde geen pieken op die plaatsen, hetgeen aangeeft dat de klei nanoscopisch gedispergeerd was.

Voorbeeld 5

Tien gram van een montmorilloniet klei EXM 757 met een kationenuitwisselingscapaciteit van 95 meq./100 g werd gedispergeerd in 1 liter gedeïoniseerd water van  $50^\circ\text{C}$ . Men liet de klei opzwellen gedurende een periode van 2 uur, totdat volledige exfoliatie opgetreden was. Met röntgendiffractie werd vastgesteld dat de afstand tussen de kleiplaatjes  $12,1 \text{ \AA}$  bedroeg.

De aldus verkregen klei werd onderworpen aan een ionenuitwisseling met Methylene Green (MG). Voor een

volledige uitwisseling werd 4,1 gram MG gebruikt. Dit leverde een blauwgroen kleurpigment op, dat werd gewassen, gefiltreerd en gevriesdroogd. Met röntgendiffractie werd vastgesteld dat de afstand tussen de kleiplaatjes 15,5 Å bedroeg.

#### Voorbeeld 6

Tien gram van een montmorilloniet klei EXM 757 met een kationenuitwisselingscapaciteit van 95 meq./100 g werd gedispergeerd in 1 liter gedeïoniseerd water van 50°C. Men liet de klei opzwellen gedurende een periode van 2 uur, totdat volledige exfoliatie opgetreden was. Met röntgendiffractie werd vastgesteld dat de afstand tussen de kleiplaatjes 12,1 Å bedroeg.

De aldus verkregen klei werd onderworpen aan een ionenuitwisseling met Malachiet Groen (MaG). Voor een volledige uitwisseling werd 3,3 gram MaG gebruikt. Dit leverde een blauwgroen kleurpigment op, dat werd gewassen, gefiltreerd en gevriesdroogd. Met röntgendiffractie werd vastgesteld dat de afstand tussen de kleiplaatjes 22 Å bedroeg.

#### Voorbeeld 7

Tien gram van een montmorilloniet klei EXM 757 met een kationenuitwisselingscapaciteit van 95 meq./100 g werd gedispergeerd in 1 liter gedeïoniseerd water van 50°C. Men liet de klei opzwellen gedurende een periode van 2 uur, totdat volledige exfoliatie opgetreden was. Met röntgendiffractie werd vastgesteld dat de afstand tussen de kleiplaatjes 12,1 Å bedroeg.

De aldus verkregen klei werd onderworpen aan een ionenuitwisseling met Brilliant Green (BG). Voor een volledige uitwisseling werd 4,6 BG gebruikt. Dit leverde een groen kleurpigment op, dat werd gewassen, gefiltreerd en gevriesdroogd. Met röntgendiffractie werd vastgesteld dat de afstand tussen de kleiplaatjes 22,7 Å bedroeg.

Voorbeeld 8

De bereidingen van de kleurpigmenten van voorbeelden 1, 3 en 5-7 werden herhaald met een andere klei, namelijk een Bentoniet met een kationenuitwisselingscapaciteit van 85 meq./100 g. Het gebruik van deze klei, die grotere kleiplaatjes heeft, leverde vergelijkbare resultaten op ten aanzien van de kleurintensiteit.

10 Voorbeeld 9

Tien gram van een synthetisch hydrotalciet ( $\text{Mg}_3\text{ZnAl}_2(\text{OH})_{12}\text{CO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) werd gedispergeerd in 1 liter gedeïoniseerd water van 40°C bij een pH van 3. De pH werd ingesteld met een 5 M HCl-oplossing en gecontroleerd met pH-papier. Men liet de klei opzwellen gedurende een periode van 1 uur, totdat volledige exfoliatie opgetreden was.

De aldus verkregen klei werd onderworpen aan een ionenuitwisseling met Methyl Red. Deze kleurstof werd toegepast in een molverhouding van 2:1 ten opzichte van het hydrotalciet. Dit leverde een geel kleurpigment op, dat werd gewassen, gefiltreerd, gevriesdroogd en gemalen.

Voorbeeld 10

Tien gram van een synthetisch hydrotalciet ( $\text{Mg}_3\text{ZnAl}_2(\text{OH})_{12}\text{CO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) werd gedispergeerd in 1 liter gedeïoniseerd water van 40°C bij een pH van 3. De pH werd ingesteld met een 5 M HCl-oplossing en gecontroleerd met pH-papier. Men liet de klei opzwellen gedurende een periode van 1 uur, totdat volledige exfoliatie opgetreden was.

De aldus verkregen klei werd onderworpen aan een ionenuitwisseling met Fluoresceïne. Deze kleurstof werd toegepast in een molverhouding van 2:1 ten opzichte van het hydrotalciet. Dit leverde een rood kleurpigment op, dat werd gewassen, gefiltreerd, gevriesdroogd en gemalen.

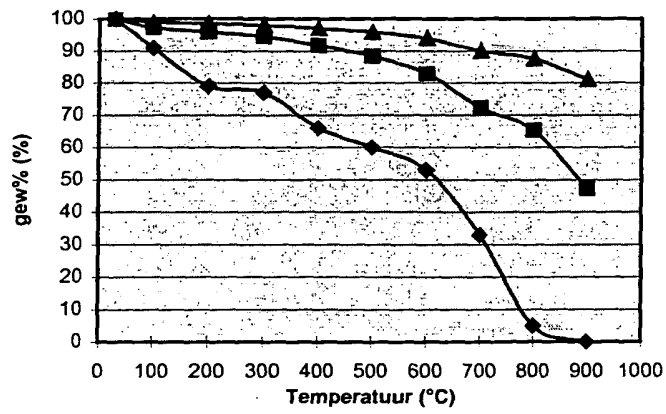
## CONCLUSIES

1.       Werkwijze voor het bereiden van een kleurpigment, waarbij een anionische of kationische klei, welke klei in hoofdzaak geen agglomeraten van kleiplaatjes bevat, wordt onderworpen aan een ionenuitwisseling met een organische  
5   kleurstof.
2.       Werkwijze volgens conclusie 1, waarbij de klei vooraf een behandeling heeft ondergaan waarbij de agglomeraten van kleiplaatjes in hoofdzaak verbroken zijn.
3.       Werkwijze volgens conclusie 2, waarbij de  
10   behandeling van de klei bestaat uit het dispergeren en laten zwellen van de klei in water dat in hoofdzaak vrij is van ionen bij een temperatuur tussen 20 en 60°C.
4.       Werkwijze volgens één van de voorgaande conclusies, waarbij de klei kleiplaatjes omvat, waarbij de onderlinge  
15   afstand tussen de kleiplaatjes ten minste 50 Å bedraagt.
5.       Werkwijze volgens één van de voorgaande conclusies, waarbij de klei is gekozen uit de groep van smectiten, gelaagde dubbele hydroxiden en hydrotalcieten.
6.       Werkwijze volgens één van de voorgaande conclusies,  
20   waarbij de organische kleurstof is gekozen uit de groep van acridinekleurstoffen, anthrachinonkleurstoffen, azine- (incl. Oxazine- en Thiazine-) kleurstoffen, azokleurstoffen, chinophtalonekleurstoffen, natuurlijke kleurstoffen, formazankleurstoffen, indigo- en  
25   indigoïdekleurstoffen, indicatorkleurstoffen, kationische kleurstoffen, leukokuipenkleurstoffen, methine- (incl. Azomethine-) kleurstoffen, microscopeerkleurstoffen, naphto- en benzochinonkleurstoffen, nitro- en nitrosokleurstoffen, phtalocyaninekleurstoffen, reactieve  
30   kleurstoffen, en tri- en diarylmethaankleurstoffen.
7.       Werkwijze volgens één van de voorgaande conclusies, waarbij tijdens de ionenuitwisseling een oppervlakte-actieve stof aanwezig is.



8. Kleurpigment verkrijgbaar in een werkwijze volgens één van de voorgaande conclusies.
9. Gebruik van een kleurpigment volgens conclusie 8 voor het kleuren van een polymeer materiaal.
- 5 10. Polymeer materiaal gekleurd met een kleurpigment volgens conclusie 8.

1012587



Figuur 1